

**WATER-IN-OIL TYPE EMULSIFIED COSMETIC**

Cited Document 3

**BEST AVAILABLE COPY**

**Patent number:** JP2167212  
**Publication date:** 1990-06-27  
**Inventor:** HACHIMAN YOSHIO; others: 05  
**Applicant:** SHISEIDO CO LTD  
**Classification:**  
- international: A61K7/00; A61K7/02  
- european:  
**Application number:** JP19890208621 19890811  
**Priority number(s):**

**Abstract of JP2167212**

**PURPOSE:** To provide a water-in-oil type cosmetic having excellent emulsion stability and good usability by comprising a silicone oil, an oleophilic surfactant, a powder, a lower alcohol, water, a hydroxy acid and a sulfate salt.

**CONSTITUTION:** The objective cosmetic contains 30-100wt.% of a silicone oil, 0.1-20wt.% of oleophilic surfactant (e.g. polyoxy alkylene-modified organopolysiloxane), 5-50wt.% of an inorganic and/or organic powder (e.g. pigment), 10-80wt.% of water, 5-30wt.% of a lower alcohol, 0.01-5wt.% of a water-soluble hydroxy acid or a salt thereof (e.g. hydroxyacetic acid) and 0.01-5wt.% of a water-soluble polysaccharide sulfate salt or water-soluble monosaccharide sulfate salt (e.g. chondroitin sulfate). The objective cosmetic may contain further a conventional oil, a water-soluble polymer, an amino acid, etc., and also a moisture-retaining agent, a surfactant, an antioxidant, an astringent, a perfume, etc., to provide the objective cosmetic whose oil phase has a viscosity of  $\leq 500$  cps at 25 deg.C.

---

Data supplied from the esp@cenet database - Patent Abstracts of Japan

⑨ 日本国特許庁(JP)

⑩ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A) 平2-167212

⑮ Int. Cl.<sup>3</sup>  
A 61 K 7/00

識別記号 庁内整理番号  
N 7306-4C  
C 7306-4C  
F 7306-4C※

⑬ 公開 平成2年(1990)6月27日

審査請求 未請求 請求項の数 4 (全16頁)

⑭ 発明の名称 油中水型乳化化粧料

⑯ 特 願 平1-208621

⑰ 出 願 平1(1989)8月11日

優先権主張 ⑱ 昭63(1988)8月12日 ⑲ 日本(JP) ⑳ 特願 昭63-199784

㉑ 発 明 者 八 幡 佳 夫 神奈川県横浜市港北区新羽町1050番地 株式会社資生堂研究所内

㉒ 発 明 者 熊 谷 重 則 神奈川県横浜市港北区新羽町1050番地 株式会社資生堂研究所内

㉓ 発 明 者 米 山 俊 夫 神奈川県横浜市港北区新羽町1050番地 株式会社資生堂研究所内

㉔ 出 願 人 株式会社資生堂 東京都中央区銀座7丁目5番5号

㉕ 代 理 人 弁理士 岩橋 祐司

最終頁に続く

明 細 書

1. 発明の名称

油中水型乳化化粧料

2. 特許請求の範囲

(1) シリコーン油が油相成分中30重量%以上である油相10~80重量%と、

親油性界面活性剤0.1~20重量%と、

無機及び/又は有機粉末5~50重量%と、

水10~80重量%、低級アルコール5~30重量%、水溶性のオキシ酸及び水溶性のオキシ酸塩の一種又は二種以上が水相成分中の0.01重量%~5重量%以上、水溶性の多糖硫酸塩および水溶性の単糖硫酸塩の一種又は二種以上が水相成分中の0.01~5重量%、よりなる水相と、

を含むことを特徴とする油中水型化粧料。

(2) 請求項1記載の化粧料において、オキシ酸ないしオキシ酸塩はヒドロキシ酢酸、乳酸、ヒドロキシプロピオン酸、ヒドロキシ酪酸、ヒドロキ

シソ酪酸、リンゴ酸、タートロン酸、クエン酸、イソクエン酸、酒石酸及びそのナトリウム塩、カリウム塩、トリエタノールアミン塩のうち選ばれる一種又は二種以上であることを特徴とする油中水型乳化化粧料。

(3) 請求項1又は2記載の化粧料において、多糖硫酸塩ないし単糖硫酸塩は、コンドロイチン硫酸、ケラト硫酸、デルマトン硫酸、デキストラン硫酸、マルチトール硫酸、ソルビトール硫酸のナトリウム塩、カリウム塩、トリエタノールアミン塩及びアミノ酸塩のいずれか一種又は二種以上であることを特徴とする油中水型乳化化粧料。

(4) 請求項1~3記載の化粧料において、油相は25℃で500cps以下であることを特徴とする油中水型化粧料。

3. 発明の詳細な説明

[産業上の利用分野]

本発明は油中水型化粧料、特にその乳化安定性の改良に関する。

## 〔従来の技術〕

一般にフェーシャル化粧料或いはメーキャップ化粧料等には、のびが極めて軽く、且つ耐水性、耐汗性、耐皮脂性等に優れ、筋ムラができずに仕上がりがきれいである、清涼感がある等の機能が要求される。

ところで、このような化粧料としては油性化粧料、乳化化粧料等があるが、油性化粧料は清涼感に欠けるため乳化化粧料が用いられることが多い。ここで、乳化化粧料としては油中水型乳化化粧料、水中油型乳化化粧料等があり、特に油中水型乳化化粧料は肌表面をオイル膜でカバーし、水分蒸発を防ぐことから肌荒れ等に効果があり、また撥水性があることから化粧くずれを防ぐ効果があるため広く用いられている。

このような乳化化粧料には、なめらかな使用性を持ち、撥水性に優れていることからシリコンオイルが多用さる。特に撥水性シリコン油を配合したものは塗布時ののびが良く、のばすにつれて揮発性シリコン油が揮発し密着性が良好で、

化粧料においてはその乳化安定性の改善が急務である。

一方、最近多層型化粧料も多く用いられている。ここで、多層型化粧料とは長期間静置したとき、水層、油層、粉末層等のように二層以上の多層に分れるものをいい、一般的には使用時に振とうして均一に分散、混合し、油中水型乳化化粧料として用いられる。

しかしながら、前述した乳化化粧料と同様、使用時に乳化が良好に行なわれないと、系の不均一化による筋ムラ等が生じやすく、さらに人間によるさほど強くない振とうでも数日程度の安定な乳化系が得られなければならない。

このため、シリコン油、アルコール類及び粉末を配合した場合には、常時乳化されている化粧料はむろん、使用時に乳化させる多層型乳化化粧料においても、その乳化安定性が悪く、使用性にも問題を生じてしまうことが多かった。

本発明は前記従来技術の課題に鑑みなされたものであり、その目的は使用性が良好で、しかも安

また皮脂や汗に強くくずれにくいことから油中水型乳化化粧料の主要原料として広く用いられている。

一方、乳化化粧料にも顔料等の粉末を含めることが多く、さらに清涼感を増強するため低級アルコールを添加する場合が多い。

## 〔発明が解決しようとする課題〕

しかしながら、従来の油中水型乳化化粧料は、その安定性、使用性に大きな問題があった。

すなわち、シリコン油は乳化することが難しく、安定な油中水型乳化系を得られにくいという欠点を有している。

このため従来においても界面活性剤としてアルキル変性シリコンを用いる等の改善がなされている。

ところが、前述した低級アルコールは乳化系を不安定にする作用があり、この問題は粉末が添加された場合には特に顕著である。従って、シリコン油、アルコール類、及び粉末を配合した乳化

安定性の良い油中水型乳化化粧料を提供することにある。

## 〔課題を解決するための手段〕

前記目的を達成するために本発明者らが鋭意検討した結果、オキシ酸ないしその塩類、多糖硫酸塩ないし単糖硫酸塩を用いることにより、シリコン油、粉末、低級アルコールの有する使用性、清涼感を害することなく、大幅に乳化安定性を向上し得ることを見出し、本発明を完成するに至った。

すなわち、本出願の請求項1記載の油中水型乳化化粧料は、シリコン油が油相成分中30重量%以上である油相10～80重量%と、

親油性界面活性剤0.1～20重量%と、

無機及び/又は有機粉末5～50重量%と、

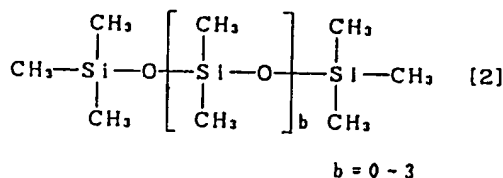
水10～80重量%、低級アルコール5～30重量%、水溶性のオキシ酸及び水溶性のオキシ酸塩の一種又は二種以上が水相成分中の0.01重量%～5重量%以上、水溶性の多糖硫酸および水

溶性の多糖硫酸塩の一種又は二種以上が水相成分中の0.01～5重量%、よりなる水相と、を含むことを特徴とする

また、請求項2記載の油中水型乳化化粧料は、オキシ酸ないしオキシ酸塩がヒドロキシ酢酸、乳酸、ヒドロキシプロピオン酸、ヒドロキシ酪酸、ヒドロキシイソ酪酸、リンゴ酸、タートロン酸、クエン酸、イソクエン酸、酒石酸及びそのナトリウム塩、カリウム塩、トリエタノールアミン塩のうち選ばれる一種又は二種以上であることを特徴とする。

請求項3記載の油中水型乳化化粧料は、多糖硫酸塩ないし単糖硫酸塩が、コンドロイチン硫酸、ケラタン硫酸、デルマトン硫酸、デキストラン硫酸、マルチトール硫酸、ソルビトール硫酸のナトリウム塩、カリウム塩、トリエタノールアミン塩及びアミノ酸塩のうち選ばれる一種又は二種以上であることを特徴とする。

請求項4記載の油中水型乳化化粧料は、25℃で500cps以下であることを特徴とする。



#### 他の油分

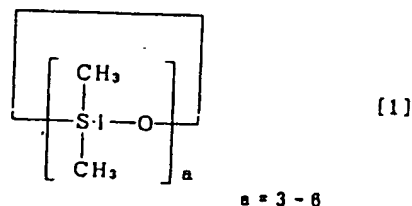
本発明に用いる他の油分としては、通常化粧料に用いられる油分であればよく、例えばワセリン、ラノリン、セレスシン、マイクロクリスクリンワックス、カルナバロウ、キャンデリラロウ、高級脂肪酸、高級アルコール等の固型・半固型油分、ホホバ油、ヒマシ油、ラノリン、イソプロピルミリステート、オクチルドデシルミリステート、トリメチロールプロパントリイソステアレート、リン

以下、本発明の構成を詳述する。

#### シリコーン油

本発明に用いるシリコーン油は、ジメチルポリシロキサン、ジメチルシクロポリシロキサン、メチルフェニルポリシロキサン、メチルハイドロジェンポリシロキサン、高級脂肪酸変性オルガノポリシロキサン、高級アルコール変性オルガノポリシロキサン、トリメチルシロキシシリケート等を例示することができ、特に下記〔1〕または〔2〕の構造をもつ揮発性のジメチルポリシロキサンおよびジメチルシクロポリシロキサンが好ましい。

本発明においては、これらの中から一種または二種以上のシリコーン油が任意に選ばれて用いられる。シリコーン油の配合量は、油分中の30～100重量%である。



ゴ酸ジイソステアリル、イソステアリルアルコール、オレイルアルコール、オレイン酸、イソステアリン酸、ミリスチン酸、ステアリン酸、スクワラン、流動パラフィン、エステル油、トリグリセライド等の流動油分等が挙げられる。

本発明においてはこれらの油分の内の任意の一種又は二種以上が適宜選択されて用いられる。

上記油分の粘度は低粘度から高粘度又は固型のものにまで至っているが、本発明にかかる油中水型乳化化粧料を多層メーキャップ化粧料として用いる場合には、各種油分によって構成される油相全体の粘度が常温で500cps以下であることが好適である。この場合、高粘度油分又は固型油分の配合も油相全体の粘度が常温で500cps以下である範囲であれば影響を与えない。油相の粘度が常温で500cpsより高いと塗布中にべたつきを感じ、メーキャップ化粧料の特徴が得られない。

本発明におけるシリコーン油を含む油分全量の配合量は、油中水型乳化化粧料全量中10～80重量%である。

また、本発明において、常圧における沸点が260℃以下の揮発性油分を含有させることが好適であり、このような油分としては、イソパラフィン例えばアイソパー<sup>®</sup>A、同C、同E、同G、同H、同K、同L、同M（エクソン社）、シェルゾール<sup>®</sup>71（シェル社）、ソルトロール<sup>®</sup>100、同130、同220（フィリップ社）等が例示される。

常圧における沸点が260℃以下の揮発性油分を用いることにより、塗布中はのびが軽く肌に負担を与えず、塗布後はさっぱりとした使用感を与えるとともに耐水、耐油及び耐皮脂性を向上させることができる。

#### 粉末

本発明でもちいる粉末としては無機顔料、有機顔料等がある。

無機顔料としては、タルク、カオリン、マイカ、セリサイト、シリカ、ケイ酸マグネシウム、ケイ酸カルシウム、ケイ酸アルミニウム、ベントナイ

トやモンモリロナイト等の粘土鉱物粉末、アルミナ、硫酸バリウム、第2リン酸カルシウム、炭酸カルシウム、水和酸化鉄、ヒドロキシアパタイト、酸化チタン、粒子径0.1μm以下の微粒子酸化チタン、酸化ジルコニウム、酸化亜鉛、ヒドロキシアパタイト、酸化鉄、チタン酸鉄、黄土、マンガウバイオレット、コバルトバイオレット、水酸化クロム、酸化クロム、酸化コバルト、チタン酸コバルト、コバルトチタネート、紺青、群青、酸化チタンコーテッドマイカ、酸化チタンコーテッドタルク、およびこれらの二種以上を複合化した複合顔料等が挙げられる。

本発明でもちいる有機顔料としては、ポリエステル、メタクリル酸メチル樹脂、セルロース、12ナイロン、6ナイロン、スチレンとアクリル酸の共重合体、ポリプロピレン、塩化ビニル、ナイロンパウダー、ポリエチレンパウダー、ベンゾグアナミンパウダー、テトラフルオロエチレンパウダー、窒化ボロン、魚鱗屑、タール系色素をレーキ化したもの、天然色素をレーキ化したもの、お

よび無機顔料と有機顔料を複合化した複合顔料などが挙げられる。

本発明で用いる無機顔料および有機顔料は、疎水化処理で処理されたものが好適である。疎水化処理することにより色分離することなく耐水、耐汗、耐皮脂性等の化粧もちがより一層向上する。疎水化処理剤としてはデキストリン脂肪酸エステル、金属石鹸、シリコン系化合物、ジベンジリデンソルビトール等の有機化合物が挙げられる。これらの疎水化処理剤を用いて疎水化処理する方法は、従来公知の方法を用いればよい。例えば、特開昭62-205165号公報、特公昭61-58499、特公昭56-43264号公報、特開昭56-16404号公報、特開昭59-76009号公報、特開昭60-163973号公報、特開昭63-113081号公報、特開昭63-113082号公報等に記載された方法で得られた粉末等が挙げられる。

本発明の化粧料には上記した粉末のうちから任意の一種又は二種以上が選ばれる。配合量は総粉

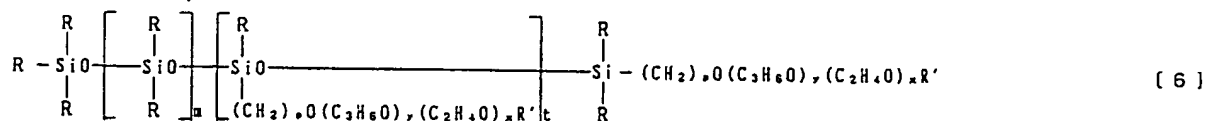
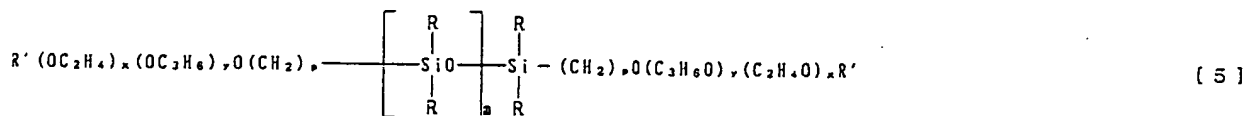
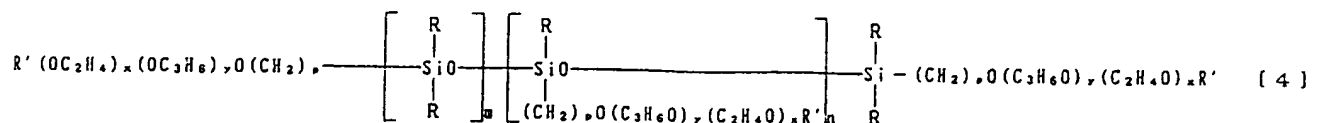
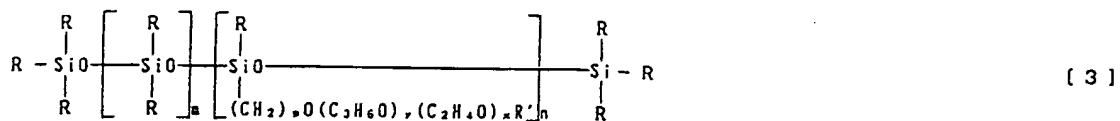
末量として化粧量全量中の5～60重量%が好適である。総粉末量が5重量%未満であると薄づきすぎてメーキャップ効果等を感じないので好ましくない。また60重量%を超えると粘度が高くなりすぎてのびの軽さが得られなくなり好ましくない。

#### 親油性界面活性剤

本発明で用いられる親油性界面活性剤としては、ソルビタンセスキイソステアレート、ソルビタンジイソステアレート、ソルビタンセスキオレート、ソルビタンジオレート、グリセリルジオレート、グリセリルジイソステアレート、次記一般式[3]、[4]、[5]または[6]の構造をもつポリオキシアルキレン変性オルガノポリシロキサン等が挙げられる。就中、ポリオキシアルキレン基が5～40重量%で分子量が2000以上のポリオキシアルキレン変性オルガノポリシロキサンが好ましい。従来、油中水型乳化組成物に多用されてきたソルビタンモノ脂肪酸エステル、グリセリルモノ脂肪酸

エステル、POE付加硬化ヒマシ油、POEアルキルエーテル等は得られた油中水型乳化化粧料の安定性に問題があるため好ましくない。

界面活性剤の配合量は化粧量全量中0.1～20重量%が好ましい。(以下余白)



(式中、Rは炭素数1乃至3のアルキル基、又はフェニル基、R'は水素、又は炭素数1乃至12のアルキル基、pは1乃至5の整数、mは5乃至100の整数、nおよびxは1乃至50の整数、tおよびbは0乃至50の整数である。)

水

本発明において用いる内相を形成する水は、油中水型乳化化粧料全量中10～80重量%である。

#### 低級アルコール

本発明で用いられる低級アルコールは、分子内に一個以上のヒドロキシル基をもち分子量が小さく水溶性であればよく、例えばエチルアルコール、プロピルアルコール、イソプロピルアルコール等があげられる。アルコールの配合量は油中水型乳化化粧料全量中5～30重量%であり、特に好ましくは10～20重量%である。低級アルコールを配合する事により清涼感、さっぱり感がさらに増強される。

#### オキシ酸及びオキシ酸塩

本発明で用いるオキシ酸およびオキシ酸塩類としては、ヒドロキシ酢酸、乳酸、ヒドロキシプロピオン酸、ヒドロキシ酪酸、ヒドロキシイソ酪酸、リンゴ酸、タートロン酸、クエン酸、イソクエン

酸、酒石酸およびそのナトリウム、カリウム、トリエタノールアミン塩等を例示することができる。

0.05～1重量%である。0.01重量%未満では乳化安定性の改善効果が不十分である。また、5重量%を超えて配合しても効果の向上は認められず、コスト的に不利である。

#### 多糖硫酸塩及び単糖硫酸塩

本発明で用いる多糖硫酸塩および単糖硫酸塩類としては、コンドロイチン硫酸、ケラト硫酸、デルマタン硫酸等のムコ多糖類の硫酸、デキストラン硫酸、マルチトール硫酸等の多糖硫酸およびソルビトール硫酸等の単糖硫酸のそれぞれナトリウム塩、カリウム塩、トリエタノールアミン塩およびアルギニン等のアミノ酸塩等が挙げられる。中でもナトリウム塩またはカリウム塩が好ましい。

多糖硫酸塩及び単糖硫酸塩の配合量は水相成分中の0.01～5重量%であり、特に好ましくは

0.05～1重量%である。0.01重量%未満では乳化安定性の改善効果が不十分である。また、5重量%を超えて配合しても効果の向上は認められず、コスト的に不利である。

本発明にかかる油中水型乳化化粧料は、無機顔料および／または有機顔料を除いた外相（油分相）と内相（水性相）の比が外相：内相＝5：1～1：5であることが好ましく、特に好ましい範囲は3：1～2：7である。

また内相に配合される水と低級アルコールの混合比は10：1～1：2が好ましく、5：1～2：3が特に好ましい。

尚、本発明では以上の様な必須成分の他、水溶性高分子、油溶性樹脂、アミノ酸、その他通常化粧料に用いられる成分を含有させることができる。油中水型乳化化粧料で用い得る水溶性高分子としては、ポリエチレングリコール、ポリエチレングリコールとポリプロピレングリコールのブロックポリマー、ポリビニルアルコール等の非イオン

性の水溶性高分子、カルボキシビニルポリマーのアルカリ金属塩類等のイオン性の水溶液高分子等が挙げられる。

油中水型乳化化粧料で使用可能な油溶性樹脂としては、上記油分に溶解して油相全体の粘度が常温で500cps以下になるものであれば良く、例えば芳香族系炭化水素樹脂（日本石油社の日石ネオポリマーT、120、140など）、テルペン系樹脂（日本ゼオン社のQuintoneA-100、B-170、C-100等）、ポリブデン（出光石油社のポリブデン200等）、ポリイソブレン（エクソン社のエスコレツ1071U、1103U等）、アルキッド樹脂（大日本インキ社のベッコゾールEL8011、ソリッドベッコゾールNo.31、No.96）、PVP変性ポリマー（五協産業社のGanexV-216、V-220等）、シリコーン樹脂（信越化学社のKP-285、KP-278、KP-266、KP-114）等を挙げることができる。

上記樹脂の中で、シリコーン樹脂は $\text{SiO}_2$ 、 $\text{RSi}_2$ 、 $\text{R}_2\text{SiO}$ （Rは水素、炭素数1～6の炭化水素基又はフェニル基を表わす）なる構造単位の一つ又は

二種以上からなる共重合体或いは末端を $R_3SiO_{1/2}$ 、(Rは上記と同じ)で封鎖した共重合体であり、炭化水素油やシリコン油等に良く溶解するので特に好ましい。

油中水型乳化化粧料で用い得るアミノ酸としては、通常知られるアミノ酸でよく、例えばグリシン、アラニン、バリン、ロイシン、イソロイシン、セリン、トレオニン、フェニルアラニン等のモノアミノモノカルボン酸、アスパラギン酸、グルタミン酸等のモノアミノジカルボン酸およびそれらの塩類、ピロリドンカルボン酸およびその塩類等が挙げられる。これらの中で酸性アミノ酸が好ましく、特に好ましくはグルタミン酸、アスパラギン酸、およびそれらの塩類が挙げられる。

本発明の油中水型乳化化粧料には、上記したアミノ酸、アミノ酸塩類の中から一種または二種以上が任意に選択され配合され得る。

配合量は0.01～5重量%であるが、0.01%未満では効果が劣り5%を越えて配合した場合は結晶析出が起こる場合があり好ましくない。

で、37℃の恒温槽内に放置して所定期間経過後の安定性を下記の評価基準にしたがって評価した。

分離、凝集なし	○
分離、凝集僅かに有り	△
分離、凝集有り	×

#### (評価方法)

専門パネル20名を用い、使用時ののび(のび)、肌へのなじみ(なじみ)、清涼感、フィット感、化粧もち(もち)、自然な仕上り(仕上り)の各項目について実使用試験による官能評価を行なった。

○：良いと答えた人数が	15名以上
△：	7名～14名
×	6名以下

まず、本発明を常時乳化されている化粧料について適用した場合について説明する。

#### 実施例1 油中水型乳化ファンデーション

本発明の油中水型乳化化粧料には、本発明の効果を損わない範囲で、通常化粧料に用いられる成分を配合することができる。例えば、ヒアルロン酸ナトリウム、グリセリン等の保湿剤、カチオン界面活性剤、アニオン界面活性剤、非イオン性界面活性剤等の界面活性剤、収斂剤、酸化防止剤、防腐剤、香料、第2リン酸ナトリウム等のPH調整剤、有機変性モンモリロナイト等の増粘剤、紫外線吸収剤等が配合可能である。

#### [実施例]

次に、実施例をあげて本発明を更に詳細に説明する。尚、本発明はこの実施例により制限されるものではない。

配合量は、重量%である。

実験に先立ち、各実施例で採用した評価方法について説明する。

#### (安定性)

所定の方法で作成した油中水型乳化化粧料を0

#### (油相)

デカメチルシクロペンタシロキサン	20.0
香 料	適量

#### (親油性界面活性剤)

ポリオキシアルキレン変性 オルガノポリシロキサン	5.0
(一般式[3]、ポリオキシアルキレン基	20%)

#### (粉末)

デキストリン脂肪酸エステル 処理顔料	20.0
-----------------------	------

#### (水相)

イオン交換水	残部
95%エチルアルコール	15.0
1,3ブチレングリコール	3.0
メチルパラベン	0.1
クエン酸ナトリウム	0.05
コンドロイチン硫酸ナトリウム	0.05

#### (製法)

油相及び親油性界面活性剤を70℃に加熱攪拌



特開平2-167212 (8)

後、粉末を添加し、さらに予め70℃に加熱しておいた水相を添加し乳化分散する。その後室温まで攪拌冷却して目的の乳化ファンデーションを得た。

ここで用いたデキストリン脂肪酸エステル処理顔料は、特開昭62-205165記載の方法に従い、マイカ、二酸化チタン、酸化鉄の混合物を肌色に調色した後、デキストリン脂肪酸エステルのアイソパーE<sup>®</sup>（エクソン化学）溶液に添加、攪拌後脱溶媒し、乾燥、粉砕して得た。以後のデキストリン脂肪酸エステル処理顔料は、同様の方法で得たものである。

**比較例1** クエン酸ナトリウム及びコンドロイチン硫酸ナトリウム含まない油中水型乳化ファンデーション

(油相)	
デカメチルシクロペンタシロキサン	20.0
香料	適量
(親油性界面活性剤)	

POE (20) ソルビタン	
モノオレート	2.5
グリセリルモノオレート	2.5
(粉末)	
顔料 (未処理)	20.0
(水相)	
イオン交換水	残部
グリセリン	5.0
モンモリロナイト	0.5
トリエタノールアミン	1.0

製法

前記実施例1に準じる。

**比較例3** 炭化水素系油分を用いた油中水型乳化ファンデーション

(油相)	
流動パラフィン (120cs)	20.0
固型パラフィン	5.0
(親油性界面活性剤)	
ジグリセリルジイソステアレート	5.0

ポリオキシアルキレン変性

オルガノポリシロキサン 5.0

(一般式[3]、ポリオキシアルキレン基 20%)  
(粉末)

デキストリン脂肪酸エステル  
処理顔料 20.0

(水相)

イオン交換水	残部
95%エチルアルコール	15.0
1,3ブチレングリコール	3.0
メチルパラベン	0.1

製法

実施例1に準じる。

**比較例2** 水中油型乳化ファンデーション

(油相)

ステアリン酸	2.0
セタノール	2.0
流動パラフィン (120cs)	20.0

(親油性界面活性剤)

(粉末)

デキストリン脂肪酸エステル処理顔料 20.0  
(実施例1と同一)

(水相)

イオン交換	残部
グリセリン	5.0
L-グルタミン酸ナトリウム	1.25

製法

前記実施例1に準じる。

**比較例4** アルコール少量の油中水型乳化ファンデーション

(油相)

デカメチルシクロペンタシロキサン	
(6cs)	10.0
ジメチルポリシロキサン	10.0

(親油性界面活性剤)

ポリオキシアルキレン変性  
オルガノポリシロキサン 5.0

(一般式[3]、ポリオキシアルキレン基 20%)

(粉末)

デキストリン脂肪酸エステル

処理顔料 (実施例 1 と同一) 20.0

(水相)

イオン交換水 残部

95%エチルアルコール 2.0

L-グルタミン酸ナトリウム 1.25

メチルパラベン 0.125

製法

実施例 1 に準じる。

次の表-1 に前記実施例 1 と各比較例との対比結果を示す。

(以下余白)

表-1

	のび	仕上り	なじみ	清涼感	もち	フィット感	安定性
実施例 1	○	○	○	○	○	○	○
	15/20	18/20	17/20	18/20	18/20	16/20	○
比較例 1	○	○	○	○	○	○	△
	14/20	18/20	18/20	16/20	17/20	17/20	△
比較例 2	○	○	△	△	△	△	△
	16/20	16/20	14/20	14/20	13/20	7/20	×
比較例 3	×	△	△	×	△	△	△
	6/20	11/20	10/20	3/20	15/20	13/20	×
比較例 4	○	○	△	△	△	○	△
	16/20	15/20	13/20	12/20	16/20	18/20	△

尚、安定性については、上段が0℃保存を、下段が37℃保存を示す。

比較例 2 及至 4 に示した従来の水中油型や油中水型乳化ファンデーションに比較して、本発明の乳化ファンデーションは使用時ののび、肌へのなじみ、清涼感、フィット感に優れ、厚ぼったくない自然な仕上りで、汗や皮脂などにも崩れにくい

もちの良いものであった。

また、実施例 1 と比較例 1 との対比より明らかに、本発明品はシリコン油、低級アルコール、撥水粉末を含有するにもかかわらず、極めて優れた乳化安定性を示す。

メチルパラベン 0.1

ヒドロキシ酢酸 0.1

ソルビトール硫酸カリウム 0.1

製法

製法は実施例 1 に準じる。

尚、ここで用いたシリコン油処理顔料は、特開昭 63-113081 号公報、特開昭 63-113082 号公報に記載の方法に従い、マイカ、二酸化チタン、酸化鉄の混合物を肌色に調色した後、テトラメチルテトラヒドロジェンシクロシロキサンを反応させ、さらにテトラデセンを付加反応させて得た。

以下実施例の製造法は、実施例 2 に準じた。

**実施例 2** クリーム乳化化粧品

(油相)

デカメチルシクロペンタシロキサン 30.0

香料 適量

(親油性界面活性剤)

ポリオキシアルキレン変性

オルガノポリシロキサン 5.0

(一般式[3]、ポリオキシアルキレン基 20%)

(粉末)

シリコン油処理顔料 25.0

(水相)

イオン交換水 残部

95%エチルアルコール 10.5

1,3-ブチレングリコール 5.0

**実施例 3** 乳化ファンデーション

(油相)

オクタメチルシクロテトラシロキサン 10.0

デカメチルシクロペンタシロキサン 18.0

ジメチルポリシロキサン 5.0

酸化防止剤 0.1

防腐剤	0.3
香料	0.3
(親油性界面活性剤)	

ポリオキシアルキレン変性

オルガノポリシロキサン 4.0

(一般式[3]、ポリオキシアルキレン基 20%)

ソルビタンセスキイソステアレート 2.0

(粉末)

金属石鹸処理顔料 25.0

カオリン 5.0部

セリサイト 7.4

タルク 3.0

酸化亜鉛 3.0

酸化チタン 5.0

酸化鉄黄 1.0

酸化鉄赤 0.4

酸化鉄黒 0.2

(水相)

イオン交換水 残部

99%エチルアルコール 10.0

バルミチン酸 0.5

酸化防止剤 0.05

防腐剤 0.3

香料 0.3

(親油性界面活性剤)

ポリオキシアルキル変性

オルガノポリシロキサン 3.0

(一般式[3]、ポリオキシアルキレン基 25%)

ポリオキシアルキル変性

オルガノポリシロキサン 3.0

(一般式[5]、ポリオキシアルキレン基 17%)

(粉末)

シリコーン油処理顔料 15.0

セリサイト 8.03部

酸化チタン 6.0

酸化鉄黄 0.6

酸化鉄赤 0.25

酸化鉄黒 0.12

(水相)

イオン交換水 残部

ヒアルロン酸ナトリウム 0.1

リンゴ酸 0.2

コンドロイチン硫酸カリウム 0.1

## 製法

製法は実施例2に準じる。

なお、ここで用いた金属石けん処理顔料は、特公昭61-58499号公報の方法に準じて製造した。すなわち、上記顔料を混合し、全顔料に対して5重量%のカルシウムステアレートと混合後、99%エチルアルコールを添加し、混合攪拌した後、EDTA・3Na塩水溶液を加え、その後ペースト状の顔料混合物を乾燥、粉碎して得た。

## 実施例4 乳化ファンデーション

(油相)

デカメチルシクロペンタシロキサン 15.0

ジメチルポリシロキサン 0.5

ジオクタデシルジメチル

アンモニウムクロライド 0.2

95%エチルアルコール 20.0

ポリエチレングリコール(M=6000) 3.0

L-アスパラギン酸ナトリウム 2.0

L-グルタミン酸ナトリウム 2.0

酒石酸カリウム 0.1

ケラト硫酸ナトリウム 0.1

## 実施例5 頬紅

(油相)

デカメチルシクロペンタシロキサン 20.0

グリセリルジオレート 2.0

ステアリン酸 1.0

シリコンワックス 0.5

ジメチルオクチルPABA 3.0

酸化防止剤 0.05

防腐剤 0.2

香料 0.2

(親油性界面活性剤)

ポリオキシアルキレン変性

オルガノポリシロキサン 4.0

(一般式「4」、ポリオキシアルキレン基 20%)

(粉末)

混合顔料	10.0
酸化チタン	4.0部
酸化鉄赤	1.0
セリサイト	5.0

(水相)

イオン交換水	残部
99%エチルアルコール	5.0
モノヘキサデシルモノフェニル	
ジメチルアンモニウムクロライド	0.5
L-グルタミン酸ナトリウム	2.0
プロピレングリコール	5.0
ピロリドンカルボン酸ナトリウム	2.0
イソクエン酸トリエタノールアミン	2.0
コンドロイチン硫酸ナトリウム	1.0

実施例6 化粧下地

(油相)

セチルイソオクタネート	2.0
-------------	-----

コバルトチタネート	0.5
タルク	1.5
ナイロンパウダー	1.0

(粒径5ミクロン)

(水相)

イオン交換水	残部
95%エチルアルコール	10.0
プロピレアルコール	5.0
L-セリン	1.0
クエン酸ナトリウム	0.5
1, 3-ブチレングリコール	5.0
防腐剤	0.3
有機変性モンモリロナイト	0.5
クエン酸ナトリウム	0.05
コンドロイチン硫酸カリウム	0.05

実施例7 サンスクリーン

(油相)

セタノール	0.5
ステアリン酸	0.5

オクタメチルシクロテトラシロキサン	2.0
デカメチルシクロペンタシロキサン	5.0
ジメチルポリシロキサン (6 c s)	5.0
流動パラフィン (120 c s)	3.0
ジオクタデシルジメチル	

アンモニウムクロライド 0.2

オクタデシルジメチルPABA 3.5

4-tert-7'-チル-4'-メキシ-ジ'ヘ'ンツ'イカタン 0.5

オレイルアルコール 0.5

ステアリン酸 0.5

酸化防止剤 0.05

香料 0.3

(親油性界面活性剤)

ソルビタンジイソステアレート 4.0

ポリオキシアルキレン変性

オルガノポリシロキサン 4.0

(一般式「3」、ポリオキシアルキレン基 20%)

(粉末)

シリコン油処理顔料 6.0

微粒子酸化チタン 3.0部

シリコンワックス 1.0

流動パラフィン (70 c s) 3.0

オリーブ油 2.0

ラノリン 1.0

ビタミンEアセアテート 0.1

酸化防止剤 0.05

防腐剤 0.3

香料 0.2

デカメチルオクタシロキサン 15.0

(親油性界面活性剤)

ソルビタンジイソステアレート 8.0

(粉末)

デキストリン脂肪酸エステル  
処理顔料 35.0

微粒子酸化チタン 15.0部

セリサイト 9.35

酸化亜鉛 5.0

酸化鉄黄 0.5

酸化鉄赤 0.15

ナイロンパウダー 5.0

## (水相)

イオン交換水	残部
95%エチルアルコール	10.0
モノヘキサデシルトリメチル	
アンモニウムクロライド	1.5
ピロリドンカルボン酸ナトリウム	1.0
プロピレングリコール	5.0
リジン	1.0
Ｌ-グルタミン酸ナトリウム	3.5
ヒドロキシ酢酸	1.0
コンドロイチン硫酸ナトリウム	0.1

実施例2～7の油中水型化粧料はいずれも実施例1同様の使用性（のび、自然な仕上り、なじみ、清涼感、もち、フィット感）、乳化安定性に優れたものであった。

次に本発明を多層型化粧料に応用したものについて説明する。

実施例8 多層ファンデーション

## 製法

実施例1に準じる。

比較例5

## (油相)

デカメチルシクロ	
ペンタシロキサン	65.0
ジメチルポリシロキサン	
(n = 5 ~ 20)	5.0
紫外線吸収剤	2.4
香料	0.3

## (親油性界面活性剤)

ソルビタンセスキオレート	2.3
--------------	-----

## (粉末)

デキストリン脂肪酸	
エステル処理粉末	25.0

## (水相)

イオン交換水	残部
エチルアルコール	10.0
防腐剤	0.3

## (油相)

デカメチルシクロペンタ	
シロキサン (沸点210℃)	30.0
ジメチルポリシロキサン	
(n = 5 ~ 10)	5.0
紫外線吸収剤	2.4
香料	0.3
(親油性界面活性剤)	
ポリオキシアルキレン変性オルガノ	
ポリシロキサン	
(一般式[A]、ポリオキシアルキレン基20%)	2.0

## (粉末)

デキストリン脂肪酸	
エステル処理粉末	25.0

## (水相)

イオン交換水	残部
エチルアルコール	10.0
防腐剤	0.3
クエン酸ナトリウム	0.05
コンドロイチン硫酸ナトリウム	0.05

## 製法

実施例1に準じる。

実施例8、比較例5について化粧専門パネルを用いて使用テストを行なった。結果を次の表-2に示す。

表-2

	実施例8	参考例5
のびの軽さ	○	○
耐水性・耐汗性	○	○
脂ムラのできにくさ (塗布のしやすさ)	○	×
塗布中のさっぱりさ	○	×
清涼感	○	×
乳化安定性	3日後	○
	1ヵ月後	△

尚、乳化安定性は37℃での保存による。

本発明にかかるファンデーションは、全ての使用性の項目において良い評価を得た。のびが軽く

て肌に負担を与えず、塗布も筋ムラができなく短時間で仕上り、耐水性、耐汗性に優れ、塗布中もさっぱりとしていて、清涼感に富んだファンデーションであった。

特に筋ムラが生じない点より、人間による軽い振とうで乳化程度が極めて良好となることが示唆された。

また、乳化安定性についても軽い振とうによる乳化で3日程度は全く問題なく、1ヵ月経過後においても再度軽い振とうを行なうことで良好な乳化状態を再現することができた。

次に各種多層型化粧料の実施例について説明する。

#### 実施例9 多層型ファンデーション

(油相)

1.デカメチルシクロペンタシロキサン	20.7
2.スクワラン	2.0
3.セチルオクタノエート	1.0

10.イオン交換水	残部
11.イソプロピルアルコール	2.0
12.Ｌ-グルタミン酸	1.0
13.コンドロイチン硫酸ナトリウム	1.0
14.クエン酸ナトリウム	1.0
15.防腐剤	0.2
16.1. 3 B G	3.0

製法

2～8を加熱混合溶解させる。そして、1を混合して(A)を得る。

10に12, 13, 14, 16を溶解させて(B)を得る。

11に15を溶解し(C)を得る。

(B)と(C)を混合溶解し(D)を得る。

(A)と(D)を攪拌混合しそこに9を添加し攪拌混合して多層ファンデーションを得た。

#### 実施例10 多層ファンデーション

(油相)

オクタメチルシクロテトラ

4.ジカブリン酸ネオペンチル グリコール	1.0
5.日石ネオポリマーT	2.0
6.香料	0.1

(親油性界面活性剤)

7.ソルビタンセスキイソステアレート	8.0
8.ポリオキシアルキレン変性オルガノ ポリシロキサン (一般式[3].ポリオキシアルキレン基20%)	8.0

(粉末)

9.金属石けん処理粉末	35.0
カオリン	10.0部
セリサイト	7.4
タルク	8.0
酸化亜鉛	3.0
酸化チタン	10.0
酸化鉄黄	1.0
酸化鉄赤	0.4
酸化鉄黒	0.2

(水相)

シロキサン(沸点174℃)	26.6
メチルフェニルポリシロキサン (n=1~3)	3.0
トリメチルシロキシリケート	10.0
ジメチルポリシロキサン(n=5~20)	3.0
紫外線吸収剤	4.0
香料	0.1

(親油性界面活性剤)

ポリオキシアルキレン変性オルガノ ポリシロキサン (一般式[3].ポリオキシアルキレン基20%)	8.0
--	-----

(粉末)

シリコーン処理粉末	10.0
-----------	------

(水相)

イオン交換水	残部
エチルアルコール	5.0
防腐剤	4.0
クエン酸ナトリウム	0.1
コンドロイチン硫酸ナトリウム	0.1

## 製法

油相及び親油性界面活性剤を混合・溶解する。  
また、エチルアルコールに防腐剤を溶解し、イオン交換水と混合する。そして、両者を攪拌混合し、さらに粉末を加え、多層ファンデーションを得た。

## 実施例 1.2 多層ファンデーション

## (油相)

流動パラフィン	14.7
ジメチルポリシロキサン	12.0
メチルフェニルポリシロキサン (n=1~3)	3.0
香料	0.1

## (親油性界面活性剤)

ポリオキシアルキレン変性オルガノ ポリシロキサン (一般式[3], $\text{R}_1\text{R}_2\text{R}_3\text{R}_4\text{R}_5\text{R}_6\text{R}_7\text{R}_8\text{R}_9\text{R}_{10}$ 基20%)	8.0
---	-----

## (粉末)

デキストリン脂肪酸処理粉末	45.0
マイカ	19.3

さらに(A)と(B)を混合し、そこに粉末を添加して攪拌混合し、多層ファンデーションを得た。

尚、色剤を適宜選択することによって、アイシャドー、ほほ紅等を得ることができる。

## 実施例 1.3 多層ファンデーション

## (油相)

ジメチルポリシロキサン	20.0
スクワラン	10.0
イソプロピルミリステート	10.0
香料	0.2

## (親油性界面活性剤)

ポリオキシアルキレン変性オルガノ ポリシロキサン (一般式[3], $\text{R}_1\text{R}_2\text{R}_3\text{R}_4\text{R}_5\text{R}_6\text{R}_7\text{R}_8\text{R}_9\text{R}_{10}$ 基20%)	8.0
---	-----

## (粉末)

金属石鹸処理粉末	44.6
----------	------

マイカ	10.0部
-----	-------

セリサイト	5.0
タルク	5.0
酸化チタン	10.0
微粒子酸化チタン	3.0
酸化鉄黄	2.0
酸化鉄赤	0.5
酸化鉄黒	0.1
コバルトチタネート	0.1

有機粉末(1.2ナイロン)	5.0
---------------	-----

## (水相)

イオン交換水	残部
エチルアルコール	10.0
防腐剤	0.2
クエン酸ナトリウム	0.05
コンドロイチン硫酸ナトリウム	0.05

## 製法

油相及び親油性界面活性剤を攪拌混合する(A)。  
防腐剤をエチルアルコールに溶解し、イオン交換水、クエン酸ナトリウム、コンドロイチン硫酸ナトリウムと混合する(B)。

タルク	10.0
酸化チタン	10.0
酸化鉄黄	2.6
酸化鉄赤	1.6
酸化鉄黒	0.4
セルロース	5.0
メタクリル酸メチル樹脂	5.0

## (水相)

イオン交換水	残部
防腐剤	0.2

## 製法

油脂及び親油性界面活性剤を攪拌混合する(A)。  
水相を混合し、溶解する(B)。(A)と(B)と(4)を混合し、多層ファンデーションを得た。

## 実施例 1.4 多層ファンデーション

## (油相)

ジメチルポリシロキサン	47.4
リンゴ酸ジイソステアリル	2.0

スクワラン	20.0
紫外線吸収剤	0.2
香料	0.2
(親油性界面活性剤)	
ポリオキシアルキレン変性オルガノ	
ポリシロキサン	
(一般式[3], ポリオキシアルキレン基20%)	
8.0	
(粉末)	
シリコーン処理粉末	25.0

タルク	6.5部
カオリン	5.0
セリサイト	2.0
硫酸バリウム	2.0
酸化チタン	5.0
酸化鉄黄	2.5
酸化鉄赤	1.5
群青	0.5

(水相)

(粉末)

未処理混合粉末	20.0
マイカ	10.0
酸化亜鉛	5.5
酸化鉄黄	2.5
酸化鉄赤	1.5
酸化鉄黒	0.5

(水相)

イオン交換水	残部
防腐剤	0.5
クエン酸ナトリウム	0.1
コンドロイチン硫酸ナトリウム	0.1

製法

実施例13に準じる。

実施例16 ファンデーション

(油相)

デカメチルシクロペンタシロキサン

イオン交換水	残部
防腐剤	0.2
クエン酸ナトリウム	0.05
コンドロイチン硫酸ナトリウム	0.05

製法

実施例13に準じる。

実施例15 ファンデーション

(油相)

デカメチルシクロペンタシロキサン	
(沸点210℃)	24.0
ジメチルポリシロキサン (n=5~20)	2.0
スクワラン	2.0
日石ネオポリマー120 (日本石油社)	3.0
ポリブテン200 (出光石油社)	3.0
香料	0.5

(親油性界面活性剤)

ポリオキシアルキレン変性オルガノ	
ポリシロキサン	
(一般式[3], ポリオキシアルキレン基20%)	8.0

(沸点210℃) 21.6

ジメチルポリシロキサン (n=5~20)	5.0
トリメチルシロキシシリケート	5.0
スクワラン	5.0
香料	0.2

(親油性界面活性剤)

ポリオキシアルキレン変性オルガノ	4.0
ポリシロキサン	
(一般式[5], ポリオキシアルキレン基17%)	

(粉末)

デキストリン脂肪酸エステル	35.0
処理粉末	

(水相)

イオン交換水	残部
エチルアルコール	10.0
ポリエチレングリコール (M=6000)	3.0
レ-グルタミン酸ナトリウム	1.2
クエン酸ナトリウム	0.1
コンドロイチン硫酸ナトリウム	0.1

製法



実施例 13 に準じる。

実施例 9 及至 16 の化粧料は、実施例 8 と同様  
使用時ののびの軽さ、塗布のしやすさ、塗布中の  
さっぱりさ、耐水性、耐汗性、清涼感に優れ、ま  
た振盪時の粉末の分散性、均一混合性、乳化安定  
性にも優れた化粧料であった。

〔発明の効果〕

以上説明したように本発明にかかる油中水型乳  
化粧料によれば、オキシ酸ないしその塩及び多  
糖硫酸塩ないし単糖硫酸塩を含むこととしたので、  
シリコン油、粉末、低級アルコール等乳化安定  
性に悪影響を与える成分を含むにもかかわらず優  
れた乳化安定性を得ることができ、清涼感、さ  
っぱり感に優れた油中水型乳化粧料を得ることが  
できる。

特許出願人 株式会社 資生堂  
代理人 弁理士 岩橋 祐司

第 1 頁の続き

⑤Int. Cl. <sup>5</sup>	識別記号	庁内整理番号
A 61 K 7/00	J	7306-4C
	E	7306-4C
7/02	Z	7306-4C

優先権主張 ⑥昭63(1988)8月12日⑦日本(JP)⑧特願 昭63-199785

⑫発明者	長 井 功	神奈川県横浜市港北区新羽町1050番地 株式会社資生堂研 究所内
⑫発明者	横 山 広 幸	神奈川県横浜市港北区新羽町1050番地 株式会社資生堂研 究所内
⑫発明者	難 波 富 幸	神奈川県横浜市港北区新羽町1050番地 株式会社資生堂研 究所内

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning  
Operations and is not part of the Official Record**

**BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ BLACK BORDERS
- ☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- ☒ FADED TEXT OR DRAWING
- ☐ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
- ☐ SKEWED/SLANTED IMAGES
- ☐ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
- ☐ GRAY SCALE DOCUMENTS
- ☐ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
- ☐ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
- ☐ OTHER: \_\_\_\_\_

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.**